

INTERNATIONAL COOPERATION IN PATENT MATTERS

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

To:

Commissioner  
US Department of Commerce  
United States Patent and Trademark  
Office, PCT  
2011 South Clark Place Room  
CP2/5C24  
Arlington, VA 22202  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
in its capacity as elected Office

Date of mailing: 01 March 2001 (01.03.01)	
International application No.: PCT/JP00/05510	Applicant's or agent's file reference: PF-000008-WO
International filing date: 17 August 2000 (17.08.00)	Priority date: 24 August 1999 (24.08.99)
Applicant: TANAKA, Yoichiro et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:  
22 January 2001 (22.01.01)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was  
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer:  J. Zahra Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	---

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



PCT

## 国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)  
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 PF-000008-W0	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO0/05510	国際出願日 (日.月.年) 17.08.00	優先日 (日.月.年) 24.08.99
出願人(氏名又は名称) 株式会社コーセー		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 4 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☐ 出願人が提出したものを承認する。

☒ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第        図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☒ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>1</sup> A61K 7/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>1</sup> A61K 7/00 - 7/50, B01J 13/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	✓ JP 59-46124 A (日本酸素株式会社) 15.3月.1984 (15.03.84) (ファミリーなし)	1-9
Y	✓ JP 59-46125 A (日本酸素株式会社) 15.3月.1984 (15.03.84) (ファミリーなし)	1-9
Y	✓ JP 54-104487 A (ぺんてる株式会社) 16.8月.1979 (16.08.79) (ファミリーなし)	1-9

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

14.11.00

国際調査報告の発送日

28.11.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

大宅 郁治

4C

8829

電話番号 03-3581-1101 内線 3452

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y ✓	JP 4-1118 A (松本油脂製薬株式会社) 6.1月.1992 (06.01.92) (ファミリーなし)	8 - 9

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



## 第Ⅲ欄 要約 (第1ページの5の続き)

水性ゲルの芯物質を、疎水性粉体で被覆してなる含水粉末組成物および水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの水性ゲル芯物質を疎水性粉体で被覆する上記含水粉末組成物の製造法。

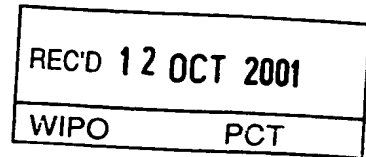
この出願の組成物は、製造安定性及び保存安定性に優れ、使用時に指等で圧力を加えた時に崩れて水を放出することを特徴とする、化粧品、食品、香料、農薬、医薬等に広く利用される含水粉末組成物である。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

PCT

国際予備審査報告


(法第12条、法施行規則第56条)  
[PCT36条及びPCT規則70]



出願人又は代理人 の書類記号 PF-000008-WO	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/ IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO0/05510	国際出願日 (日.月.年) 17.08.00	優先日 (日.月.年) 24.08.99
国際特許分類(IPC) Int. Cl <sup>7</sup> A61K 7/00		
出願人(氏名又は名称) 株式会社コーセー		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条(PCT36条)の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 3 ページからなる。
- ☒ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。  
(PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照)  
この附属書類は、全部で 2 ページである。

3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。
- I ☒ 国際予備審査報告の基礎
  - II ☐ 優先権
  - III ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
  - IV ☐ 発明の単一性の欠如
  - V ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
  - VI ☐ ある種の引用文献
  - VII ☐ 国際出願の不備
  - VIII ☐ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 22.01.01	国際予備審査報告を作成した日 25.09.01	
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員)  大宅 郁治 	4C 8829  電話番号 03-3581-1101 内線 3452

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。PCT規則70.16, 70.17)

☐ 出願時の国際出願書類

☒ 明細書 第 1-20 ページ、 出願時に提出されたもの  
明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの

☒ 請求の範囲 第 3、7-9 項、 出願時に提出されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
請求の範囲 第 1、2、5、6 項、 16、07、01 付の書簡と共に提出されたもの

☐ 図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 出願時に提出されたもの  
図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの

☐ 明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語  
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語  
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった  
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ  
☒ 請求の範囲 第 4 項  
☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならず、本報告に添付する。)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性(N)	請求の範囲	1-3, 5-9	有
	請求の範囲		無
進歩性(IS)	請求の範囲		有
	請求の範囲	1-3, 5-9	無
産業上の利用可能性(IA)	請求の範囲	1-3, 5-9	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明(PCT規則70.7)

1. 文献

- 文献1: JP 59-46124 A (日本酸素株式会社) 15 3月 1984 (15.03.84)  
 文献2: JP 59-46125 A (日本酸素株式会社) 15 3月 1984 (15.03.84)  
 文献3: JP 54-104487 A (ぺんてる株式会社) 16 8月 1979 (16.08.79)  
 文献4: JP 4-1118 A (松本油脂製薬株式会社) 6 1月 1992 (06.01.92)

2. 新規性

請求の範囲1乃至3、5乃至9に記載された発明は、国際調査報告に記載された何れの文献にも開示されておらず、新規性を有する。特に、水性ゲルからなる芯物質を、疎水性粉体で被覆したものは、文献1乃至4に開示されていない。

3. 進歩性

請求の範囲1乃至3、5乃至9に記載された発明は、以下の理由により、文献1乃至4の記載に基づいて容易に想到し得たものであり、進歩性を有しない。

文献1及び2に記載のマイクロカプセルと、文献3に記載のマイクロカプセルとは、互いに密接に関連した技術分野に属するものである。文献3に記載の水相成分であるエチレングリコールをゲル化剤である超微粒子状無水シリカでゲル化したものを芯物質として使用する点を文献1又は2に適用することは、当業者であれば容易に推考できたものである。そして、補正された請求の範囲に記載の水溶性ゲル化剤は、水溶性ゲル化剤として当業者間において広く知られたものであることから、文献3に記載のゲル化剤に代えてこれらのものを使用する点に進歩性は認められない。また、文献3に記載のエチレングリコールが特殊な成分である旨の16.07.01付け答弁書における主張は、エチレングリコールがこの出願における水相成分の1種である(明細書3ページ第3パラグラフ参照)ことから、これを採用することは出来ない。

また、水及び/又は保湿成分を内包し、無機微粉末を含む樹脂をシェルとする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを化粧料に配合する点は文献4に記載されていることから、水相成分をゲル化したものを芯物質とするマイクロカプセルを化粧料に配合する点は、当業者で有れば格別の創意を要する事項とは認められない。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



## 請 求 の 範 囲

1. (補正後) 水相成分を寒天、ゼラチン、カラギーナン、ジェランガム又はケイ酸ナトリウムマグネシウムから選ばれる一種または二種以上の水溶性ゲル化剤によりゲル化して得た水性ゲルからなる芯物質を、疎水性粉体で被覆してなる含水粉末組成物。
2. (補正後) 水性ゲルからなる芯物質が、水相成分を寒天、ゼラチン、カラギーナン、ジェランガム又はケイ酸ナトリウムマグネシウムから選ばれる一種または二種以上の水溶性ゲル化剤によってゲル化した後凍結粉碎して得たものであることを特徴とする請求項第1項記載の含水粉末組成物。
3. 疎水性粉体の粒子径が、水性ゲルからなる芯物質の粒子径の  $1/10$  以下であることを特徴とする請求項第1項または第2項記載の含水粉末組成物。
4. (削除)
5. (補正後) 水性ゲルからなる芯物質が粉末状のゲル芯物質であることを特徴とする請求項第1項ないし第3項の何れかの項記載の含水粉末組成物。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

6. (補正後) 水相成分を寒天、ゼラチン、カラギーナン、ジェランガム又はケイ酸ナトリウムマグネシウムから選ばれる一種または二種以上の水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、粉末状の水相ゲル芯物質とし、次いでこの水相ゲル芯物質を疎水性粉体で被覆することを特徴とする含水粉末組成物の製造法。

7. 水溶性ゲル化剤によりゲル化した水相成分を凍結粉碎により粉末状の水相ゲル芯物質とすることを特徴とする請求項第6項記載の含水粉末組成物の製造法。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

WHAT IS CLAIMED IS: . . \

1. A water-containing powder composition comprising aqueous gel cores coated with hydrophobic particles.

5

2. The water-containing powder composition of claim 1, wherein the aqueous gel cores are produced by gelling an aqueous phase ingredient with a water-soluble gellant and freeze-shattering the gel.

10

3. The water-containing powder composition of claim 1 or claim 2, wherein the hydrophobic particles have a particle diameter of 1/10 or less of the particle diameter of the aqueous gel cores.

15

4. The water-containing powder composition of any one of claims 1-3, wherein the aqueous gellant is one or more components selected from the group consisting of agar, gelatin, carageenan, gellan gum, and magnesium sodium silicate.

20

5. The water-containing powder composition of any one of claims 1-4, prepared by gelling an aqueous phase ingredient with a water-soluble gellant, freeze-shattering the gel to obtain aqueous gel cores, and coating the aqueous gel cores  
25 with hydrophobic particles.

6. A process for manufacturing a water-containing powder

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



composition comprising gelling an aqueous phase ingredient with a water-soluble gellant to form aqueous gel cores, and coating the aqueous gel cores with hydrophobic particles.

5           7. The process for manufacturing the water-containing powder composition of claim 6, wherein the aqueous phase ingredient caused to gel using a water-soluble gellant is formed into powdered aqueous gel cores by freeze-shattering.

10           8. A cosmetic preparation comprising the water-containing powder composition according to any one of claims 1 to 5.

15           9. A method of applying makeup, comprising applying the cosmetic preparation of claim 8 to the skin and applying pressure to cause water to release from said composition.

**THIS PAGE BLANK (USPTL)**

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001 年 3 月 1 日 (01.03.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/13864 A1

- (51) 国際特許分類: A61K 7/00 (TANAKA, Yoichiro) [JP/JP]. 富田由利子 (TOMITA, Yuriko) [JP/JP]. 小林伸次 (KOBAYASHI, Shinji) [JP/JP]; 〒114-0005 東京都北区栄町48番18号 株式会社 コーセー 研究本部内 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/05510
- (22) 国際出願日: 2000 年 8 月 17 日 (17.08.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願平11/237149 1999 年 8 月 24 日 (24.08.1999) JP  
特願2000/172172 2000 年 6 月 8 日 (08.06.2000) JP
- (74) 代理人: 小野信夫, 外(ONO, Nobuo et al.); 〒101-0024 東京都千代田区神田和泉町1-13-1 水戸部ビル4階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): CN, KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 コーセー (KOSE CORPORATION) [JP/JP]; 〒103-0027 東京都中央区日本橋3丁目6番2号 Tokyo (JP).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 田中洋一郎
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: WATER-CONTAINING POWDER COMPOSITION, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME, AND COSMETIC PREPARATION CONTAINING THE POWDER COMPOSITION

(54) 発明の名称: 含水粉末組成物及びその製造法並びに当該粉末組成物を含有する化粧品

(57) Abstract: A water-containing powder composition comprising particles each composed of an aqueous gel as a core and hydrophobic particles with which the core is coated; and a process for producing the water-containing powder composition which comprises causing an aqueous phase ingredient to gel with a water-soluble gellant, forming the gel into particles each serving as a core, and then coating each core with hydrophobic particles. The composition is characterized in that it is excellent in production stability and storage stability and that the gel-based particles break to release water when used and pressed with, e.g., fingers. The water-containing powder composition is widely utilizable in cosmetics, foods, perfumes, agricultural chemicals, medicines, etc.

(57) 要約:

水性ゲルの芯物質を、疎水性粉体で被覆してなる含水粉末組成物および水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの水性ゲル芯物質を疎水性粉体で被覆する上記含水粉末組成物の製造法。

この出願の組成物は、製造安定性及び保存安定性に優れ、使用時に指等で圧力を加えた時に崩れて水を放出することを特徴とする、化粧品、食品、香料、農薬、医薬等に広く利用される含水粉末組成物である。

WO 01/13864 A1



## 明 細

含水粉末組成物及びその製造法並びに当該粉末組成物を含有する化粧料

### 技術分野

本発明は、水を粉末化した組成物に関するものであり、より詳しくは、製造安定性及び保存安定性に優れ、使用時に指等で圧力を加えることにより崩れ、水を放出する含水粉末組成物に関するものである。この含水粉末組成物は、化粧品、食品、香料、農薬、医薬等に広く利用することができる。

### 背景技術

本発明者らは先に、製品の形態としては粉末であるが、使用時に指等で圧力を加えることにより崩れ、水を放出する含水粉末化粧料を開発し、特許出願した（特開平 5 - 6 5 2 1 2 号公報）。この含水粉末組成物は、疎水化無水珪酸とフッ素化合物処理粉体を用い、水及び油を粉末化する技術によるものであるが、この疎水化無水珪酸の疎水化度にバラツキがあり、安定的な製造や保存の安定性に問題がある場合があった。

そこで本発明者らは、マイクロカプセル化の技術の応用により、上記の性質を有する含水粉末化粧料を安定に得ることができるかどうかについて、検討を行った。

ところで、水を疎水性粉体で包含し、マイクロカプセル化する技術は、既に報告されており（特公平 3 - 6 7 7 3 7 号等）、この方法は水を冷却固化した後、粉碎して凍結粉末化し、これに疎水性粉体で被覆するというものである。

しかし、上記のマイクロカプセル化技術には、①凍結した水を粉碎す

るときに、粒子径が細くなり難い、②凍結した水を粉碎してから、表面を被覆するまでの間に、水（氷）粒子が凝集、合一を生じやすい、③粉末化した水（氷）粒子の表面を被覆するときに、粒子の凝集や合一等を起こしやすいという問題点があり、実用性のあるマイクロカプセルを得ることは難しかった。

従って、従来のマイクロカプセル化技術を改良し、製造に当たって上記したような問題がなく、使用時に指等で圧力を加えることにより崩れ、水を放出する含水粉末組成物を得る技術の開発が求められていた。

## 発明の開示

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、水相成分を水溶性ゲル化剤でゲル化した後、これを高速剪断や凍結粉碎等により、粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの芯物質の表面を疎水性粉体で被覆することにより、細かい粒子径の含水粉末を得ることができ、しかも、粒子の凝集や合一の問題も生じないことを見出した。また、得られた含水粉末は、製造安定性及び保存安定性に優れ、使用時に指等で圧力を加えた時に崩れて水を放出する性質を維持していることを見出し、本発明を完成した。

すなわち本発明は、水性ゲルからなる芯物質を、疎水性粉体で被覆してなる含水粉末組成物を提供するものである。

また本発明は、水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、高速剪断や凍結粉碎等により、粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの水性ゲル芯物質を疎水性粉体で被覆することを特徴とする含水粉末組成物の製造法を提供するものである。

さらに本発明は、上記の何れかに記載の含水粉末組成物を含む化粧料およびこれを利用する皮膚の化粧方法を提供するものである。

### 発明を実施するための最良の形態

本発明の含水粉末組成物は、水性ゲルである芯物質の外側を、疎水性粉体で被覆した構造を有するものである。このものは、水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、高速剪断や凍結粉碎等により、粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの粉体を疎水性粉体で被覆することにより製造される。

本発明の含水粉末組成物において、その水の含有量は、水性ゲル中に概ね30～99.7質量%（以下単に、「%」と略す。）が好ましく、40～98%がより好ましい、この範囲であると、水の清涼感をより良好に感じることができる。

この水性ゲルからなる芯物質を構成する水相成分とは、水や親水性を有する有効成分等を意味する。この有効成分としては、パラオキシ安息酸エステル、フェノキシエタノール等の防腐剤、1,3-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、エチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン等の保湿剤、エタノール、メントール等の清涼剤、界面活性剤、ビタミンC誘導体等の薬剤等を例示することができる。また、水相成分として、水中に油分を乳化分散させた水中油型乳化物や、水中や水中油型乳化物中に、粉体を分散させた懸濁液も用いることができる。

一方、水溶性ゲル化剤としては、水に溶解又は膨潤することにより水をゲル化するものである。例えば、寒天、グァーガム、ローカストビーングラム、クインスシードガム、ファーセンラン、カラギーナン、アルギン酸ソーダ、ジェランガム、デンプン、ペクチン、コンニャク等の植物系天然高分子、ゼラチン等の動物系天然高分子、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース等のセルロース誘導

体等の半合成高分子、ポリビニルアルコール、カルボキシビニルポリマー、アルキル変性カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸ソーダ、ポリメタクリル酸ソーダ、ポリビニルピロリドン等の合成高分子、ケイ酸ナトリウムマグネシウム、含水ケイ酸アルミニウム、モンモリロナイト、サポナイト、ヘクトライト、フッ素四ケイ素雲母等の水膨潤性粘土鉱物等が挙げられ、これらを一種又は二種以上用いることができる。これらの水溶性ゲル化剤は、高速剪断や凍結粉砕時の粉砕のし易さや、保存安定性の向上の観点より、寒天、ゼラチン、カラギーナン、ジェランガム、ケイ酸ナトリウムマグネシウムのように水と硬いゲルを形成するものが好ましい。

本発明に用いられる水溶性ゲル化剤の含有量は、水相成分をゲル化させるために十分な量であり、水溶性ゲル化剤の種類により異なるが、概ね水性ゲル中に0.1～10%とすることが好ましい。

本発明に用いられる水溶性ゲル化剤が、カルボキシビニルポリマー、アルキル変性カルボキシビニルポリマー等のように、水をゲル化させるために、対アルカリを必要とする場合は、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン等を用いることができる。この場合、水溶性ゲル化剤とアルカリの比は、水溶性高分子の種類により異なるが、質量比で概ね、水溶性ゲル化剤とアルカリの比を1：0.001～1：1とすることが好ましい。

本発明において水相成分と水溶性ゲル剤で構成された水性ゲルを粉末状の水性ゲル芯物質とする方法としては、高速剪断や凍結粉砕する方法等が挙げられる。高速剪断する方法としては、高速ピンミルやカッターミキサー等を用いる方法が挙げられる。また、凍結粉砕する方法としては、水性ゲルを液体窒素等の冷媒を用いて凍結し、該水性ゲルを粉砕する方法が挙げられる。水性ゲルを凍結粉砕する温度は、水性ゲルのゲル



の硬さや、凝固点等に影響されるが、概ね $-20^{\circ}\text{C} \sim -190^{\circ}\text{C}$ の範囲が好ましい。凍結粉碎後の粒子径は、概ね $1 \sim 300 \mu\text{m}$ が好ましい。

斯くして得られる水性ゲルの粉末状粒子を被覆する疎水性粉体は、水性ゲルの粉末状粒子の表面に付着又は吸着することにより、凝集防止や保存安定性を向上させる働きを有するものである。この疎水性粉体としては、粉体自身が疎水性であるものや、親水性粉体を通常公知の疎水化剤により表面処理したもの、疎水化度をより高めるために疎水性粉体を更に疎水化剤により処理したもの等が用いられる。この疎水性粉体の粒子径は、水性ゲルの粉末状粒子の粒子径よりも小さいことが必要であるが、表面への被覆効率の観点より、水性ゲル粉末状粒子の粒子径の $1/10$ 以下がより好ましい。

本発明に用いられる疎水性粉体のうち、粉体自身が疎水性の粉体としては、例えば、ポリスチレン粉末、ポリエチレン粉末、オルガノポリシロキサンエラストマー粉末、ポリメチルシルセスキオキサン粉末、N-アシルリジン、四フッ化ポリエチレン樹脂粉末、アクリル樹脂粉末、エポキシ樹脂粉末、ナイロン粉末、ステアリン酸アルミニウム、ラウリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウム等が挙げられ、これらを一種又は二種以上用いることができる。

また、親水性粉体を疎水化剤で表面処理した疎水性粉末を使用することもでき、この場合に用いられる疎水化剤としては、トリメチルシリル化剤、メチルヒドロジエンポリシロキサン等の有機珪素化合物、パーフルオロポリエーテルアルキルリン酸、パーフルオロアルキルシラン等のフッ素化合物、金属石鹸、油剤等が挙げられ、これらは一種又は二種以上用いることができるが、この中でも有機珪素化合物やフッ素化合物であると疎水化度が、より向上するため好ましい。また、親水性粉体としては、例えば、酸化チタン、酸化亜鉛、無水珪酸、酸化アルミニウム、

酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、マイカ、合成マイカ、合成セリサイト、セリサイト、タルク、炭化珪素、硫酸バリウム、窒化硼素、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン等の無機粉体類、シルクパウダー、デンプン、結晶セルロース等の有機粉体類、微粒子酸化チタン被覆雲母チタン、微粒子酸化亜鉛被覆雲母チタン、硫酸バリウム被覆雲母チタン等の複合粉体等が挙げられる。これら疎水化剤で表面処理した親水性粉体も一種又は二種以上組み合わせて用いることができる。

上に示した疎水性粉体の中でも、保存安定性の効果がより高まるものは、平均粒子径  $0.001 \sim 0.1 \mu\text{m}$  の煙霧状無水珪酸を疎水化処理したものであり、これを使用することが特に好ましい。このような疎水性粉体は、AEROSIL R974、R972、RX200、RX300（何れも、日本アエロジル社製）、キャボジルTS-530（キャボット社製）等として市販されているものである。また、本発明の含水粉末組成物において、水性ゲルの粉末状物と疎水性粉体との比率は、疎水性粉体の粒子径や水性ゲルの粉末状物の粒子径等に影響されるが、概ね質量比で  $100 : 0.5 \sim 100 : 25$  がより好ましい。

本発明において、水性ゲルの粉末状物表面に、疎水性粉体を被覆する方法は、特に限定されないが、例えば、攪拌機中に疎水性粉末を入れ、温度の上昇によって融解、凝集をおこさないよう低温下で、攪拌しながら水性ゲルの粉末状物を添加し、混合攪拌して被覆する方法が挙げられる。更に、混合する攪拌機器は、好ましくは冷却機構を有するジャケットを装着し、ジャケット内の壁面や底面に衝突・接触の少ない形状の攪拌羽根を装着している攪拌機である。

本発明の化粧料における、前記含水粉末組成物の含有量は、 $10 \sim 1$

00%が好ましく、30～90%がより好ましい。この範囲で用いると、みずみずしさや、清涼感等の化粧料に水を配合する効果が特に優れる化粧料が得られる。

本発明の含水粉末組成物を含有する化粧料には、上記含水粉末組成物に加え、本発明の効果を損なわない範囲において、通常化粧料に汎用される粉体、油剤、界面活性剤、部分架橋型オルガノポリシロキサンやデキストリン脂肪酸エステル等の油ゲル化剤、紫外線吸収剤、アクリル変性シリコーンやトリメチルシロキシケイ酸等の油溶性被膜形成剤、エタノール等の溶剤、パラオキシ安息香酸誘導体、フェノキシエタノール等の防腐剤、ビタミン類、消炎剤、酸化防止剤、キレート剤、ビタミンC誘導体等の薬剤、グリコール類等の保湿剤、水、水溶性高分子、多価アルコール、清涼剤、香料等の成分を配合することができる。

このうち本発明の化粧料に配合可能な粉体は、通常の化粧料において、着色効果、メーキャップ効果、紫外線遮蔽効果、感触調整効果等を目的として配合されるものであり、粒子の形状、大きさ、構造等により特に限定されず、無機粉体類、光輝性粉体類、有機粉体類、色素粉体類、複合粉体類等が挙げられ、これらを一種又は二種以上用いることができる。具体的には、酸化チタン、コンジョウ、群青、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、二酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、マイカ、合成マイカ、合成セリサイト、セリサイト、タルク、カオリン、炭化珪素、硫酸バリウム、ベントナイト、スメクタイト、窒化硼素等の無機粉体類、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン、酸化鉄コーティング雲母、酸化鉄雲母チタン、有機顔料処理雲母チタン、アルミニウムパウダー等の光輝性粉体類、ナイ

ロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、アクリロニトリル-メタクリル酸共重合体パウダー、塩化ビニリデン-メタクリル酸共重合体パウダー、ポリエチレンパウダー、ポリスチレンパウダー、オルガノポリシロキサンエラストマーパウダー、ポリメチルシルセスキオキサンパウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ウールパウダー、シルクパウダー、結晶セルロース、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、N-アシルリジン等の有機粉体類、有機タール系顔料、有機色素のレーキ顔料等の色素粉体類、微粒子酸化チタン被覆雲母チタン、微粒子酸化亜鉛被覆雲母チタン、硫酸バリウム被覆雲母チタン、酸化チタン含有二酸化珪素、酸化亜鉛含有二酸化珪素等の複合粉体等が挙げられ、これらを一種又は二種用いることができる。

上記粉体としては、その一種または二種以上を複合化したものを用いても良く、フッ素化合物、シリコーン系油剤、金属石ケン、ロウ、界面活性剤、油脂、炭化水素等を用いて公知の方法により表面処理を施したものであっても良い。本発明の化粧料へのこれら粉体の配合量は、粉体の配合目的、化粧料の剤型等に影響されるが、概ね、1～90%が好ましい。

また、本発明の化粧料に配合可能な油剤は、通常の化粧料において、肌への付着性向上、エモリエント感の付与、化粧持続性の向上等の目的として配合されるものであり、動物油、植物油、合成油等の起源及び、固形油、半固形油、液体油、揮発性油等の性状を問わず、炭化水素類、油脂類、ロウ類、硬化油類、エステル油類、脂肪酸類、高級アルコール類、シリコーン油類、フッ素系油類、ラノリン誘導体類等の油剤が挙げられる。具体的には、パラフィンワックス、セレシンワックス、オゾケライト、マイクロクリスタリンワックス、モクロウ、モンタンワックス、フィッシュトロボスワックス、ポリエチレンワックス、流動パラフィン、

ワセリン、スクワラン等の炭化水素類、カルナウバロウ、ミツロウ、ラノリンワックス、キャンデリラ等の天然物類、トリベヘン酸グリセリル、ロジン酸ペンタエリトリットエステル、ミリスチン酸イソプロピル、炭酸ジアルキル、トリオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸ジグリセリル等のエステル類、ステアリルシロキサン等のアルキル変性シリコーン類、ステアリン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ベヘニン酸、オレイン酸等の脂肪酸類、セタノール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等の高級アルコール類、オリーブ油、ひまし油、ホホバ油、ミンク油等の油脂類、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラノリンアルコール等のラノリン誘導体、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等のシリコーン油、デカメチルシクロペンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン等の環状シリコーン類、ポリオキシアルキレン変性やアルキル変性したシリコーン油、パーフルオロデカン、パーフルオロオクタン等のフッ素系油類等が挙げられ、これらを一種又は二種用いることができる。

本発明の化粧料に、これら油剤を配合する場合の配合量は、油剤の配合目的、化粧料の剤型等に影響されるが、概ね、0.1～50%が好ましい。

本発明の含水粉末組成物を含有する化粧料は、特に限定はされないが、アイカラー、ファンデーション、頬紅、白粉等のメーキャップ化粧料、ボディパウダー、制汗パウダー、美白パウダー、乳液、クリーム、美容液等のスキンケア化粧料、日焼け止め化粧料が挙げられる。

以上説明した本発明の化粧料は、使用時に指若しくは手のひら、又はスポンジ若しくはチップ等の小道具で塗擦することにより化粧料中に含まれる含水粉末組成物を崩壊させ、水性成分放出により、清涼感や造膜性等特徴のある使用感を得ることができる。

本発明の含水粉末組成物は、製造安定性、長期保存安定性に優れ、指若しくは手のひら、又はスポンジ若しくはチップ等の小道具で塗擦することにより、容易に崩壊し、水性成分を放出するものである。本発明の含水粉末組成物を配合した化粧料は、外観は粉末および固形状であるが、上記の如く使用時には容易に崩壊し、水性成分を放出することから、清涼感、造膜性等従来技術では得ることができない特徴を有するものである。また、本発明の含水粉末組成物は、化粧品以外にも、食品、香料、農薬、医薬品等広い分野で有効に利用され得るものである。

## 実施例

次に、実施例を挙げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例に何ら制約されるものではない。

### 実施例 1

#### 含水粉末組成物：

表 1 に示した組成で、下記製造方法により含水粉末組成物を調製した。得られた含水粉末組成物について、以下に示す評価方法により、「製造安定性」、「保存安定性」、「指で圧力を加えた時（使用時）の崩れ易さ」を評価した。この結果は表 2 に示す。

#### （配合組成）

表 1

	本 発 明 品							比 較 品
	1	2	3	4	5	6	7	
	残 量	残 量	残 量	残 量	残 量	残 量	残 量	残 量
1.精製水	0.2	2	2	3	-	-	1	-
2.寒天	-	-	-	-	-	-	-	-
3.ゼラチン	-	-	-	-	0.05	0.05	-	-
4.カラギーナン	-	-	-	0.2	-	-	-	-
5.デンプン	-	-	-	-	0.7	-	-	-
6.カルボキシビニルポリマー	-	-	-	-	-	-	10	-
7.ケイ酸ナトリウムマグネシウム	-	-	-	-	-	-	-	-
8.アルキル変性カルボキシビニルポリマー <sup>(注2)</sup>	-	-	-	-	-	0.5	-	-
9.グリセリン	2	2	2	2	2	2	2	2
10.1,3-ブチレンジグリコール	10	10	10	10	10	10	10	10
11.防腐剤	適	適	適	適	適	適	適	適
12.トリエタノールアミン	-	-	-	-	0.7	0.5	-	-
13.流動パラフィン	-	-	-	-	-	5	-	-
14.タルク	-	-	-	-	3	-	-	-
15.大豆リン脂質	-	-	-	-	0.3	-	-	-
16.香料	-	-	-	-	適	適	適	適
17.疎水化処理無水珪酸 <sup>1(注3)</sup>	適	3	適	適	-	-	-	-
18.疎水化処理無水珪酸 <sup>2(注4)</sup>	3	3	25	3	3	3	3	3

注 1 : ラボナイト XLG (ラボナイト社製)  
注 2 : カーボポール 1342 (グッドリッチケミカル社製)  
注 3 : AEROSIL R972 (ジメチルクロロシラン処理無水珪酸/日本アエロジル社製)  
注 4 : AEROSIL RX300 (ヘキサメチルシラン処理無水珪酸/日本アエロジル社製)

( 製 造 方 法 )

A. 成分 1 ~ 1 2 を混合溶解 (又は膨潤) する。

B. A に成分 1 3 ~ 1 6 を添加し、混合分散する。

C. B を液体窒素で - 8 0 °C に冷却し、凍結粉碎して粒子径約 8 0  $\mu$  m の水性ゲルの粉末状物を得た。

D. 混合攪拌機中で成分 1 7 または成分 1 8 を攪拌しながら、C を添加、混合して含水粉末組成物を得た。

( 評 価 方 法 )

製造安定性 :

含水粉末組成物を同一条件で 5 回製造した時の粒子径のバラツキを下記基準により評価した。

評 価 ;      内      容

- ◎      全て均一でバラツキがない
- 僅かなバラツキがあるが、ほぼ均一
- △      バラツキがある
- ×      非常にバラツキがある

保存安定性 :

各含水粉末組成物を 4 0 °C、6 ヶ月保存した状態を、下記基準により評価した。

評 価 ;      内      容

- ◎      保存後の外観に変化無し
- "      粉末の合一が僅かに認められる
- △      "      粒子の合一が認められる
- ×      "      水の分離が認められる

指で圧力を加えた時 (使用時) の崩れ易さ :



各含水粉末組成物を指で潰した時の、水の放出状態を下記基準により評価した。

評 価 ;	内 容
◎	指で直ぐに崩れ、水が放出される
○	僅かに崩れ難いが、水は放出される
△	指で崩れ難いが、水は放出される
×	指で崩れ難く、水が放出され難い

( 結 果 )

表 2

	本 発 明 品							比 較 品
	1	2	3	4	5	6	7	1
製造時 安定性 保存時 安定性 使用時の 崩れやすさ	○ ○ ○	◎ ◎ ◎	○ ◎ ◎	◎ ◎ ◎	○ ○ ○	○ ○ ○	○ ○ ○	△ × ○

表 2 の結果から明らかなように、本発明品 1 ～ 7 の含水粉末組成物は、比較例に比べて、「製造安定性」、「保存安定性」、「指で圧力を加えた時（使用時）の崩れ易さ」の全てに優れた含水粉末組成物であった。

## 実施例 2

### 含水粉末組成物：

下記の組成および製法により、含水粉末組成物を調製した。得られた含水粉末組成物について、実施例 1 と同様に「製造安定性」、「保存安定性」、「指で圧力を加えた時（使用時）の崩れ易さ」を評価したところ、何れの評価も◎であった。

### （配合組成）

	質 量 %
1. 精 製 水	残 量
2. 寒 天	1
3. ケイ酸ナトリウムマグネシウム <sup>注 1)</sup>	5
4. グリセリン	2
5. 1, 3 - ブチレングリコール	10
6. 防 腐 剤	適 量
7. トリエタノールアミン	1
8. ステアリン酸	2
9. モノステアリン酸グリセリン	1
10. セタノール	1
11. ジメチルポリシロキサン	1
12. 流動パラフィン	5
13. パラメトキシケイ皮酸 2 - エチルヘキシル	1
14. セスキオレイン酸ソルビタン	0.5

15.モノオレイン酸ポリオキシエチレン ソルビタン	0.5
16.ナイロンパウダー	1
17.香料	適量
18.疎水化処理無水珪酸 <sup>2 注4)</sup>	3

## (製造方法)

- A.成分1～7を混合溶解（又は膨潤）する。
- B.成分8～15を加熱溶解し、Aに添加して乳化する。
- C.成分16～17を添加し、混合分散する。
- D.Cを液体窒素で－120℃に冷却し、凍結粉碎して粒子径約80  $\mu\text{m}$ の水性ゲルの粉末状物を得た。
- E.混合攪拌機中で成分18を攪拌しながら、Dを添加、混合して含水粉末組成物を得た。

## 実施例 3

デオドラントパウダー：

(配合組成)	質量%
1.アルミニウムヒドロキシクロライド	20
2.精製水	残量
3.寒天	3
4.プロピレングリコール	5
5.ポリオキシエチレン(20モル)オレイル エーテル	0.5
6.エチルアルコール	5
7.塩化ベンザルコニウム	0.2
8.香料	0.3

9. 疎水化処理無水珪酸 2 <sup>注4)</sup>

5

## ( 製造方法 )

- A. 1 ~ 4 を混合溶解する。
- B. 5 ~ 8 を混合溶解する。
- C. A に B を添加し、可溶化する。
- D. C を高速ヘンシェルミキサー（三井三池化工機社製）にて粉末化する。
- E. 9 を混合しながら、これに D を添加し、デオドラントパウダーを得た。

## 実施例 4

## ワインパウダー：

( 配合組成 )	質 量 %
1. 精 製 水	1 0
2. 寒 天	1
3. ワ イ ン	8 6
4. ステアリン酸マグネシウム処理無水珪酸	3

## ( 製造方法 )

- A. 1 ~ 2 を加熱溶解し、3 を添加混合する。
- B. A を - 8 0 ~ - 1 0 0 °C まで冷却した後、凍結粉碎する。
- C. 4 を混合しながら、これに B を添加してワインパウダーを得た。

## 製 剤 例 1

## 含水粉末状化粧品（ファンデーション）：

( 配合組成 )	質 量 %
----------	-------

1. フッ素化合物処理酸化チタン <sup>注5)</sup>	5
2. フッ素化合物処理ベンガラ <sup>注5)</sup>	0.1
3. フッ素化合物黄酸化鉄 <sup>注5)</sup>	1
4. フッ素化合物黒酸化鉄 <sup>注5)</sup>	0.05
5. シリコーン処理セリサイト <sup>注6)</sup>	残 量
6. シリコーン処理タルク <sup>注6)</sup>	10
7. 実施例1の含水粉末組成物	70

注5：パーフルオロアルキルリン酸塩を5%処理した粉体

注6：メチルヒドロジェンポリシロキサンを3%処理した粉体

## 製 剤 例 2

含水粉末化粧料（アイシャドウ）：

（配合成分）

	質 量 %
1. 実施例1の含水粉末組成物	残 量
2. 部分架橋型オルガノポリシロキサン膨潤物 <sup>注8)</sup>	2
3. ジメチルポリシロキサン	1
4. シリコーン処理無水珪酸 <sup>注6)</sup>	5
5. シリコーン処理赤色202号 <sup>注6)</sup>	0.3
6. 黄酸化鉄	1
7. フッ素化合物処理雲母チタン <sup>注5)</sup>	5
8. 金属石鹼処理タルク <sup>注9)</sup>	10
9. 酸化チタン	1
10. 防腐剤	適宜

注8：シリコンKSG-18（信越化学工業社製）

注9：ラウリン酸亜鉛を3%処理した粉体

## 製 剤 例 3

含水粉末化粧料（美容液）：

（配合成分）	質量%
1. 実施例2の含水粉末組成物	残量
2. 蔗糖脂肪酸エステル	1
3. ジプロピレングリコール	1
4. ポリスチレンパウダー	3
5. 防腐剤	適宜

## 製 剤 例 4

含水粉末化粧料（美白パウダー）：

（配合成分）	質量%
1. 実施例1の含水組成物	残量
2. アスコルビン酸リン酸エステルマグネシウム	1
3. アスコルビン酸リン酸エステルナトリウム	1
4. ジグリセリン	0.5
5. 水素添加大豆リン脂質	1
6. スクワラン	2
7. デキストリン脂肪酸エステル	0.3
8. フッ素化合物処理ナイロンパウダー <sup>注5)</sup>	3
9. 香料	適量
10. 防腐剤	適量

注5：パーフルオロアルキルリン酸塩を5%処理した粉体

## 製 剤 例 5

含水粉末化粧料（日焼け止め化粧料）：

(配合成分)	質量%
1. 実施例 2 の含水粉末化粧料	残量
2. フッ素化合物処理微粒子酸化チタン <sup>注5)</sup>	2
3. シリコーン処理微粒子酸化亜鉛 <sup>注6)</sup>	1
4. 2-エチルヘキサン酸トリグリセリル	1
5. 4-tert-ブチル-4'- -メトキシジベンゾイルメタン	0.05
6. ポリアクリル酸アルキルパウダー	5
7. 香料	適宜
8. 防腐剤	適宜

注5：パーフルオロアルキルリン酸塩を5%処理した粉体

注6：メチルヒドロジェンポリシロキサンを3%処理した粉体

#### 製 剤 例 6

含水粉末化粧料（ボディパウダー）：

(配合成分)	質量%
1. 実施例 3 の含水粉末化粧料	残量
2. l-メントール	0.05
3. カンファ	0.05
4. エタノール	2
5. 無水ケイ酸	10
6. 防腐剤	適宜



## 請 求 の 範 囲

1. 水性ゲルからなる芯物質を、疎水性粉体で被覆してなる含水粉末組成物。
2. 水性ゲルからなる芯物質が、水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後凍結粉碎して得たものである請求項第1項記載の含水粉末組成物。
3. 疎水性粉体の粒子径が、水性ゲルからなる芯物質の粒子径の1/10以下であることを特徴とする請求項第1項または第2項記載の含水粉末組成物。
4. 水溶性ゲル化剤が寒天、ゼラチン、カラギーナン、ジェランガム又はケイ酸ナトリウムマグネシウムから選ばれる一種または二種以上であることを特徴とする請求項第1項ないし第3項の何れかの項記載の含水粉末組成物。
5. 水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、凍結粉碎して粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの水性ゲル芯物質を疎水性粉体で被覆してなる請求項第1項ないし第4項の何れかの項記載の含水粉末組成物。
6. 水相成分を水溶性ゲル化剤によりゲル化した後、粉末状の水性ゲル芯物質とし、次いでこの水性ゲル芯物質を疎水性粉体で被覆することを特徴とする含水粉末組成物の製造法。
7. 水溶性ゲル化剤によりゲル化した水相成分を凍結粉碎により粉末状の水性ゲル芯物質とすることを特徴とする請求項第6項記載の含水粉末組成物の製造法。

8. 上記請求項第1項ないし第5項の何れかの項記載の含水粉末組成物を含む化粧料。

9. 上記請求項第8項記載の化粧料を、化粧すべき皮膚上に塗布し、これに圧力をかけ、当該組成物から水分を放出させることを特徴とする皮膚の化粧方法。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05510

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> A61K 7/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> A61K 7/00 - 7/50, B01J 13/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 59-46124, A (NIPPON SANSO CORPORATION), 15 March, 1984 (15.03.84) (Family; none)	1-9
Y	JP, 59-46125, A (NIPPON SANSO CORPORATION), 15 March, 1984 (15.03.84) (Family; none)	1-9
Y	JP, 54-104487, A (Pentel Kabushiki Kaisha), 16 August, 1979 (16.08.79) (Family; none)	1-9
Y	JP, 4-1118, A (Matsumoto Yushi Seiyaku Co., Ltd.), 06 January, 1992 (06.01.92) (Family; none)	8-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
14 November, 2000 (14.11.00)Date of mailing of the international search report  
28 November, 2000 (28.11.00)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> A61K 7/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> A61K 7/00 - 7/50, B01J 13/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 59-46124 A (日本酸素株式会社) 15.3月.1984 (15.03.84) (ファミリーなし)	1 - 9
Y	JP 59-46125 A (日本酸素株式会社) 15.3月.1984 (15.03.84) (ファミリーなし)	1 - 9
Y	JP 54-104487 A (ぺんてる株式会社) 16.8月.1979 (16.08.79) (ファミリーなし)	1 - 9

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

14. 11. 00

国際調査報告の発送日

28.11.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

大宅 郁治

4 C

8829

電話番号 03-3581-1101 内線 3452

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 4-1118 A (松本油脂製薬株式会社) 6.1月.1992 (06.01.92) (ファミリーなし)	8 - 9

47  
Translation  
10/049,623

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

RECEIVED  
MAY 17 2002  
TECH CENTER 1600/1600

Applicant's or agent's file reference PF-000008-WO	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/409)	
International application No. PCT/JP00/05510	International filing date (day/month/year) 17 August 2000 (17.08.00)	Priority date (day/month/year) 24 August 1999 (24.08.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC A61K 7/00		
Applicant KOSE CORPORATION		

1.	This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2.	This REPORT consists of a total of <u>4</u> sheets, including this cover sheet.
<input checked="" type="checkbox"/>	This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).
	These annexes consist of a total of <u>2</u> sheets.
3.	This report contains indications relating to the following items:
I	<input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report
II	<input type="checkbox"/> Priority
III	<input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
IV	<input type="checkbox"/> Lack of unity of invention
V	<input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
VI	<input type="checkbox"/> Certain documents cited
VII	<input type="checkbox"/> Certain defects in the international application
VIII	<input type="checkbox"/> Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 22 January 2001 (22.01.01)	Date of completion of this report 25 September 2001 (25.09.2001)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP00/05510

## I. Basis of the report

### 1. With regard to the elements of the international application:\*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:  
 pages 1-20, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☒ the claims:  
 pages 3,7-9, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages 1,2,5,6, filed with the letter of 16 July 2001 (16.07.2001)
- ☐ the drawings:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

### 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

### 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

### 4. ☒ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☒ the claims, Nos. 4
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

### 5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/JP 00/05510

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-3, 5-9	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	1-3, 5-9	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-3, 5-9	YES
	Claims		NO

### 2. Citations and explanations

#### 1. Documents

- Document 1: JP, 59-46124, A (Nippon Sanso Corp.), 15 March 1984 (15.03.84)
- Document 2: JP, 59-46125, A (Nippon Sanso Corp.), 15 March 1984 (15.03.84)
- Document 3: JP, 54-104487, A (Pentel KK), 16 August 1979 (16.08.79)
- Document 4: JP, 4-1118, A (Matsumoto Yushi Seiyaku Co., Ltd.), 6 January 1992 (06.01.92)

#### 2. Novelty

The inventions set forth in Claims 1 to 3 and 5 to 9 are not disclosed in any of the documents cited in the international search report, and are novel. In particular, Documents 1 to 4 do not disclose a core material comprising an aqueous gel covered with a water-repellent powder.

#### 3. Inventive step

The inventions set forth in Claims 1 to 3 and 5 to 9 do not involve an inventive step for the following reasons, because they could be derived easily from disclosures in Documents 1 to 4.

The microcapsules disclosed in Documents 1 and 2 and

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

the microcapsules disclosed in Document 3 pertain to closely related technical fields, and hence a person skilled in the art could easily conceive of using aqueous phase ingredient ethylene glycol gelled with ultrafine particles of anhydrous silica as a gelling agent as disclosed in Document 3 as the core in Document 1 or 2. The water-soluble gelling agents mentioned in the amended claims are also widely known within the art as water-soluble gelling agents; therefore, the use of these instead of a gelling agent mentioned in Document 3 does not involve an inventive step. The statement in the written reply dated 16.07.01 to the effect that ethylene glycol disclosed in Document 3 is a special ingredient cannot be accepted, because ethylene glycol is one of the aqueous phase ingredients mentioned in this application (see the description, page 3, paragraph 3).

Formulation of cosmetics in soft resin capsules which rupture on pressure and have a shell of a resin which includes a fine inorganic powder encapsulating water and/or a humectant is disclosed in Document 4; therefore, formulating cosmetics in microcapsules having a core of a gelled aqueous phase ingredient does not require special inventive skill of a person skilled in the art.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION CONCERNING  
SUBMISSION OR TRANSMITTAL  
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

ONO, Nobuo  
Mitobe Bldg. 4F  
1-13-1, Kandaizumi-cho  
Chiyoda-ku, Tokyo 101-0024  
JAPON



Date of mailing (day/month/year) 06 November 2000 (06.11.00)	
Applicant's or agent's file reference PF-000008-WO	<b>IMPORTANT NOTIFICATION</b>
International application No. PCT/JP00/05510	International filing date (day/month/year) 17 August 2000 (17.08.00)
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 24 August 1999 (24.08.99)
Applicant KOSE CORPORATION et al	

1. The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
3. An asterisk(\*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
24 Augu 1999 (24.08.99)	11/237149	JP	05 Octo 2000 (05.10.00)
08 June 2000 (08.06.00)	2000/172172	JP	05 Octo 2000 (05.10.00)

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

Somsak Thiphrakesone

Telephone No. (41-22) 338.83.38

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**PCT**

From the INTERNATIONAL BUREAU

**NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE  
COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL  
APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES**

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

<b>T :</b> ONO, Nobuo Mitobe Bldg. 4F 1-13-1, Kandaizumi-cho Chiyoda-ku, Tokyo 101-0024 JAPON	
--	---

<b>Date of mailing (day/month/year)</b> 01 March 2001 (01.03.01)		<b>IMPORTANT NOTICE</b>	
<b>Applicant's or agent's file reference</b> PF-000008-WO			
<b>International application No.</b> PCT/JP00/05510	<b>International filing date (day/month/year)</b> 17 August 2000 (17.08.00)	<b>Priority date (day/month/year)</b> 24 August 1999 (24.08.99)	
<b>Applicant</b> KOSE CORPORATION et al			

1. Notice is hereby given that the International Bureau has communicated, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this Notice:  
**KR,US**

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present Notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:  
**CN,EP**

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this Notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on  
 01 March 2001 (01.03.01) under No. WO 01/13864

**REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)**

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a demand for international preliminary examination must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

**REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))**

If the applicant wishes to proceed with the international application in the national phase, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and Volume II of the PCT Applicant's Guide.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland  Facsimile No. (41-22) 740.14.35	<b>Authorized officer</b>  <p style="text-align: center;">J. Zahra</p> Telephone No. (41-22) 338.83.38
--	--

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/JP00/05510

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> A61K 7/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> A61K 7/00 - 7/50, B01J 13/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 59-46124, A (NIPPON SANZO CORPORATION), 15 March, 1984 (15.03.84) (Family: none)	1-9
Y	JP, 59-46125, A (NIPPON SANZO CORPORATION), 15 March, 1984 (15.03.84) (Family: none)	1-9
Y	JP, 54-104487, A (Pentel Kabushiki Kaisha), 16 August, 1979 (16.08.79) (Family: none)	1-9
Y	JP, 4-1118, A (Matsumoto Yushi Seiyaku Co., Ltd.), 06 January, 1992 (06.01.92) (Family: none)	8-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
14 November, 2000 (14.11.00)

Date of mailing of the international search report  
28 November, 2000 (28.11.00)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**REC'D PTO/PCT BRANCH**  
**FEB 22 2002**